(19)日本国特許庁(JP)

(51) Int.Cl.6

C09D 11/00

B 4 1 J 2/01

(12) 公開特許公報(A)

FI

C 0 9 D 11/00

B41M 5/00

機制記号 广内整理番号

PSZ

(11)特許出職公開番号

PSZ

E

特開平9-111165

(43)公攤日 平成9年(1997)4月28日

技術表示箇所

		· ·	
B41M 5/0	0	C09D 11/08 PTM	
C 0 9 D 11/0	8 PTM	B41J 3/04 101Y	
		審査輸求 未輸求 納求項の数5 FD (全 22	頁)
(21)出顯番号	特爾平7-295998	(71)出職人 000001007 キヤノン株式会社	
(22)出願日	平成7年(1995)10月20日	東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 (72)発明者 新口 弘道	
		東京都大田区下丸子3丁目30番2号 : ノン株式会社内	キヤ
		(72)発明者 宮川 昌士	
		東京都大田区下丸子3丁目30番2号 ノン株式会社内	キヤ
		(72)発明者 竹之内 雅海	
		東京都大田区下丸子3丁目30番2号	キャ
		ノン株式会社内	
		(74)代理人 弁理士 吉田 勝広 (外1名)	
		最終買に	売く

(54) 【発明の名称】 インク及びそれを用いたカラーインクジェット記録方法

(57)【要約】

【課題】 高精細なカラー画像形成し得るとともに、信 頼性にも優れたインクジェット記録方法を提供するこ

「解決手段」 水溶性染料、水、下配化合物群A、化合物群Bから選ばれる少なくとも1種の化合物、及び下配化合物群Cから選ばれた少なくとも1種の化合物を含有し、表面振力30 d y n e / c m以上及び粘度5センチボイズ以下であるインク、及び該インクを使用するカラーインクジェット記録方法。

【特許請求の新興】

【請求項1】 水溶性染料、水、下記化合物群A、化合 物群 B の中から選ばれた少なくとも 1種の化合物、及び 下記化合物群 Cから選ばれた少なくとも1種の化合物を 含有し、表面張力30dvne/cm以上及び粘度5セ ンチボイズ以下であるインク組成物。

化合物群A:

A-1:エチレングリコールモノn-ブチルエーテル

A-2:エチレングリコールモノフェニルエーテル

A-3:エチレングリコールモノイソブチルエーテル A-4:ジェチレングリコールモノn-ブチルエーテル

A-5:ジェチレングリコールモノヘキシルエーテル

B-2:エチレンオキシドープロビレンオキシドーエチ レンオキシド型(ブルロニック型)界面活性剤 B-3:高級アルコールのエチレンオキシド付加物 化含物群C:

C-1;下記一般式で表わされる化合物 CH₃ ÇH₃ HO--CH2CHO CH2CH2O сп-спо-н C-1

. k=3~50である。(世中のkは3~50であり。

mは3~25であり、nは3~25であり、m+mは6 C-2:下記一般式で表わされる化合物 CH3 CHa CH3 но-сизсно--si--o-+сн₂сн₂о+ CH2CHO CH₂

(式中のk=20~50であり、mは10~25であ り、nは10~25であり、n+m=20~50であ り、pは2~5である。)

【請求項2】 化合物群Aの化合物が、インク全量中で 6~12重量%を占める請求項1に記載のインク組成 物。

【請求項3】 化合物群Bの化合物が、インク全機中で 0. 3~3. 0重業%を占める請求項1に記載のインク 組成物。

【請求項4】 化合物群Cの化合物が、インク全盤中で 5~5重量%を占める請求項1に記数のインク組成

【請求項5】 イエロー、シアン、マゼンタ、及びブラ ックの各色の水溶性染料を用いた4色の糖求項1に記載 のインク組成物を用い、これらのインクのそれぞれ1個 の液藻の体積が3~50ピコリットルの範囲に調節され た液滴を形成して吐出するインクジェット記録装置を用 いてカラー記録を行うことを特徴とするインクジェット 記録方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】 本発明は、高精細なカラー画 像と個類性を両立させるインク組成物(以下単にインク という) 及びそれを搭載して記録するインクジェツト記 録方法に関する。

[0002]

【従来の技術】近年インクジェットプリンタでは、ラン ニングコストの低下、及び廃棄物を減らす意味からイン ~50である。)

化合物群 B:

物型界面活性剤

クタンクをプリントヘッドとは切り離して、インクタン クのみを交換できるタイプの記録装置が望まれており、 そのような製品はすでに一部実用化されている。

A-6:ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル

A-8:ジプロピレングリコールモノブロヒルエーテル

A-9:ベンジルアルコールのエチレンオキシド付加物

B-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付加

A-7:トリエチレングリコールn-ブチルエーデル

【0003】 しかしながら、インクタンクのみを交換す る記録装置にすることによって、次のような問題が発生 する場合があることがわかってきた。即ち、インクタン クの交換時には、ノズルやインク流路には当然空気が存 在しているか、そこに新しいインクを充填していく際 に、タンク中に空気(泡)が残留してしまうという不具 合が発生することがある。特に圧力バルスを液滴形成の 原動力としているインクジェット記録方式では、インク 内に固定して滞留する泡は、その後の液滴形成に大きな 障害を起こす處がある。

【0004】又、カラーインクジェット記録装置用の高 密度プリントヘッドの開発が進み、デバイスとしては、 高面類記録への準備ができてきた、しかし、高面質記録 用のインクには、今までよりも小さい液液(3~50ビ コリットルの範囲)を高層波数で安定に吐出するという 動力学的な課題と、インクが目詰まりせず、又、ノズル 表面にインクが滞留することなく、装置上でより高いレ ベルでコントロールすることが要求されるという信頼性 の課題が生じてきた。

【0005】上記のような諸課題に対しては、たとえデ バイス設計を高画質化に向けた機能設計を行っても、イ ンクの材料の設計を従来からの延長線上でのみ行うのみ では、上記のような瀦諜類を到底解決することはできな い、これらの諸諜額を解決するためには、使用するイン ク側においても、要求される諸特性を満足させるため

に、種々の機能を担うインク構成材料の組み合わせを巧 みに行う必要がある。異体的には、インクの目詰まり防 止(蒸発抑制)、インクを低粘度に維持する溶剤、イン ク中の染料に対して溶解力のある溶剤、抑泡剤等の諸材 料の選択と組み合わせが極めて重要である。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的 は、カラーインクジェット記録装置内で、インクの泡立 ち或いはインク内に空気が取り込まれる等の障害が生じ にくく、従ってノズルへインクを安定して供給すること が可能で、更にインクの記録紙への浸透性と滲みのパラ ンスが調節され、吐出特性が安定で、小さい液滴形成に おいても安定な液体粒子を形成することができ、目詰ま りしにくく、高画質記録を可能にする新規なインクを提 供することにある。要に、本発明の別の目的は、高精細 なカラー画像を形成し得るとともに、信頼性にも優れた カラーインクジェット紀録方法を提供することにある。 [0007]

【課題を解決するための手段】上記目的は、以下の本発 **期によって達成される。即ち、本発明は、水溶性染料、** 水、下紀化合物群A、化合物群Bの中から選ばれた少な くとも 1 種の化合物、及び下記化合物群 C から選ばれた 少なくとも1種の化合物を含有し、表面張力30 d v n e/cm以上及び粘度5センチポイズ以下であるイン ク、及び該インクを使用するカラーインクジェット記録 方法である。 化含物群A:

CHe сн2сно-

、k=3~50である。(式中のkは3~50であり、 mは3~25であり、nは3~25であり、m+mは6

(式中のk=20~50であり、mは10~25であ

り、nは10~25であり、n+m=20~50であ り、pは2~5である。)

【0010】本発明によれば、カラーインクジェット記 緑装置内で、インクの泡立ち或いはインク内に空気が取 り込まれる等の障害が生じにくく、従ってノズルヘイン クを安定して供給することが可能で、更にインクの記録 紙への浸透性と滲みのパランスが調節され、叶出特性が 安定で、小さい液滴形成においても安定な液体粒子を形 成することができ、目詰まりしにくく、高面離記録を可 能にする新規なインク、及び高精細なカラー画像を形成 し得るとともに、信頼性にも優れたカラーインクジェッ ト記録方法を提供することができる。

A-1:エチレングリコールモノnーブチルエーテル (付着張力-34.3)

A-2:エチレングリコールモノフェニルエーテル (付赖張力~31,9)

A-3:エチレングリコールモノイソプチルエーテル (付着張力-32.5)

A-4:ジエチレングリコールモノn-ブチルエーテル (付着張力-32.3)

A-5:ジエチレングリコールモノヘキシルエーテル (付着張力-31.7)

A-6:ジェチレングリコールモノイソプチルエーテル (付務張力-32.5)

A-7: トリエチレングリコールnーブチルエーテル (付着張力-24.5)

A-8:ジプロビレングリコールモノブロビルエーテル (付着張力-24.0)

A-9:ベンジルアルコールのエチレンオキシド付加物 (付着帯カー20.0)

崩、付着力の単位は、dvne/cmである。

[0008] 化含物群B:

B-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付加 物型界面活性剂

B-2:エチレンオキシドープロビレンオキシドーエチ レンオキシド型(ブルロニック型)界面活性剤

C - 1

B-3:高級アルコールのエチレンオキシド付加物 [0009] 化合物群C:

C-1:下記一般式で表わされる化合物

~50である。) C-2:下記一般式で表わされる化合物

CH3 - H

[0011]

CH2CH2O

сн, сно

【発明の実施の形態】次に好ましい実施の形態を挙げて 本発明を更に詳細に説明する。本発明のインクは、組成 的には、水溶性染料、水、上記の化合物群A、上記化合 物群Bの中から選ばれた少なくとも1種の化合物、及び 上記の化合物群 Cから選ばれた少なくとも 1種の化合物 を含有し、物性的には、表面張力30dyne/cm以 上及び粘度5センチボイズ以下であることを特徴として いる。

【0012】以下、本発明の主たる特徴部分から説明す

1, 化合物群A

化合物群Aの各化合物は、水との相溶性が高く、該化合

物を6重整公以上含有する水溶液はカラー設験に合致し た高速浸透性を有し、揮発性が低く、粘度が低く、引火 点も高く、又、染料溶解性もよい。しかし、ごれらの化 合物を20重量%以上含有すると、記録媒体として紙を 耐いる場合には、紙の運動への透透が顕著はより好まし くない。本発明において化合物群人の必要にして十分な 含有重は、好ましくは6重量%以上12重量%以下の範 関である。

[0013] 化合物群Aの各化合物は、分子末端のエー テル結合を介したアルキル基を有し、粘度が低くなると 共に一定の疎水性を持ち、溶剤でありながら界面活性能 を持つ物質である。このような性質がインクの高速浸透 に適する所以である。化合物群Aの各化合物の動的濡れ 性試験機による付着張力(動的な接触角と意味は間じ) の比較データを前記に示した。測定は、化合物群Aを含 む種々のグリコールエーテルを10重量%、及び識別の みの目的で少量添加してある染料0.5重量%(残りは 水) の配合物を一定条件で紙と接触させた時の5秒後に おける付着張力を教徒で示している。魚の大きな値であ る程、短時間における濡れ性が高いことを表わしてい る。本発明者等の測定によれば、この測定条件下で--2 Od vne/cm以下の付着張力を示す物質を用いるこ とによって、本発明のインクにおいて望ましい諸特性が 得られた。

[0014] 2. 化合物群B

①B-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付加物

ここで用いられる物質は、アセチレングリコールにエチレンオキンドを平均で3、5~20モル付加結合させた 化合物である。市販されている化合物としては、具体的には、サーフィノール440(3、5モル付加)、サーフィノール465(10モルイリカー)(以上は日居化学製)、アセチノールEH(10モルイリカー)(以下ファイン(株)製)等が挙げられる。又、5モル、15モル、20モル付加物等も高い浸透性を付与することができる。

②B-2:エチレンオキシドーフロビレンオキシドーエ チレンオキシト型(ブルロニック型)界面活性剤 これらはノニオン性界面活性剤として知られている。これらの中でHLBが4~8の範囲の疎水性が強い物質が本発明に好流に用いられる。

$$HO = \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CHO \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ S_1 \\ -O \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} CH_2 \\ CH_2 \\ CH_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CH_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CH_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CH_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CH_2 \\ CH_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_2 \\ CH_2$$

である。上記一般式の化合物C-2は、C-1に対して 即泡/消泡性を高めるためにアルキルシリコーンジオー ル単位を含有した物質であり、HLBが4~10の範 囲、分子量は400~500の範囲の液状オリゴマー であり、k=20~50であり、mは10~25であ 【0015】③B-3:高級アルコールのエチレンオキシド付加物

これらはノニオン性界面活性剤として知られている。こ れらの中でHLBが4~8の歌画の疎水性が強い物質が 未発剤に好路に用いられる、以上のB-1、8-2、8 - 3の各化合物のいずれかを選択して本発明のインク中 で0.3~3、0重量%、好ましくは0.5~1.0重 量%の範囲で使用することによって普通紙に対するイン ケ速い漫勝性を得ることができる。

【0016】3. 化合物群C

化合物群 Cの各化合物は、水との相溶性はさほど高くはないが、抑液性及び消泡性をインクに与える作用を有す

あ。該化合物はとりわけ化合物群 A 任用される場合に
有効である。それは、インク中において化合物群 A の物質が化合物群 C の物質の溶解性を高め、その抑治作用を
効果的に発揮するためである。 D C - 1 の化合物の一般
組満は、

【0017】C-1化合物の物質構造の特徴は、分子両 末端がプロビレングリコールであり、分子の中間がエチ レングリコール構造になっていることにある。そのよう な構造を取ることによって、該化合物は、水性媒体中に おいて一定の疎水性を持ちながら、尚、表面においては 両側の疎水性原子団(プロビレングリコール)が表面張 カ本下げて助体を与えるものと考えられる。

【0018】分子来端にシリコーン構造を持つシリコーン系消泡剤としては、多数の物質が開発されているが、それらは水系媒体中で乳化分散した状態となり、不均一系となる。このようなシリコーン系消泡剤は、消泡剤としての機能は優れているが、長期の安定性に乏しく、で適識がある。と、メニスカスの保持力が低く不適で ある。上記一般式(C・1)物質において好ましい化合物は、HLBが4~10の範囲、分子産は40~~50000範囲の液状オリゴマーであり、k=3~50であり、n+m=6~50である。、このなる。

【0019】 ②C-2の化合物の一般構造は、

り、nは10~25であり、n+m=20~50であり、pは2~5である。これらの化合物は、新規な物質ではなく、プロビレングリコールエーテル系消泡剤としてインク用の添加剤として配合され使用されているものである。本発明のインクにおいては、C-1又はC-2

のいずれかを、対象となるインク媒体系によって異なるが、一般的には0.5~5.0重量%、好ましては1 0.1~2.0重量%の範囲で用いる。具体的な添加量 は、対象となるインク媒体系によって異なるが、相溶性 の許容する影響で添加する。

【0020】これらの化合物様くに属する化合物は、未 発明のインク中において、界面活性能を有し、その即泡 /消冷作用によって安定した液沸形成とインク充填時の 空気の飽き込みを少なくする。特徴的なことは、化合物 野にはインク中に完全に溶解しているので、インタそれ 自体の表面張力を書しく低下させることがなく、本発明 のインクの条件の一つである30 d y n e / c m以上の 表面張力を維持することができる。

[0021] 4. 色材(染料)

本発明における色材は水溶性染料である。本発明で用いられる染料は、水系インクジェットインク用の水溶性染料であれば、火弧のいずれの染料も使用することができる。以下に本発明のインクにおいて好ましい水溶性染料を例示する。これらの染料は影明で、インクの媒体におる溶解性が発定であり。 既に軽け た場合の側に優れ、耐水性のよい記録を行うために選定された物質群である。具体的には、以下のような染料が挙げられるが、本発明はでれるの染料に限定されるものではない。尚、例示染料中の水溶性基は、それぞれフリーの状態、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、有機アミン塩であり得れ、アンサースを受けることであり、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、有機アミン塩であり得れ、アンモニウム塩、有機アミン塩であり、

 $\begin{array}{c} SO_3Na \\ \\ SO_3Na \\ \end{array} \begin{array}{c} NHC_2\Pi_4OH \\ \\ NHC_2\Pi_4OH \\ \end{array} \begin{array}{c} SO_3Na \\ \\ SO_3Na \\ \end{array}$

【0023】マゼンタ染料 (2) CH₃ NHO₂S-〇-CF

【0024】マゼンタ染料(3)

【0025】マゼンタ染料(4)

【0026】イエロー染料(1)

H₆NOOC

SO_SNH₄

$$\underbrace{\bigcirc}_{SO_3Li} N = N - \underbrace{\bigcirc}_{OCH_3} \underbrace{\bigcirc}_{N=N} - \underbrace{\bigcirc}_{N=N-1} \underbrace{\bigcirc}_{SO_3Li} \underbrace{\bigcirc}_{NH} - \underbrace{\bigcirc}_{SO_3Li} \underbrace{\bigcirc}_{SO_3$$

上記した染料は、インクジェット記録用インクの適性を 持った化合物であるが、これら以外でも酸性染料及び直 接染料等の水溶性染料の中から適当な染料を選択して使 用し得ることは勿論である。これらの水溶性染料の使用 盤は、インク全量中で約0.5~5.0重量%を占める 豊である。

[0038] 5. インクの液媒体

次にインクの液媒体について説明する。本発明のインク の液媒体は水単独でもよいが、保湿性の高い水混和性溶 剤を水に添加することが、より借頼性の高いインクとす るうえで好ましい。異体的には、エチレングリコール、 ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、トリ プロピレングリコール、グリセリン、1,2,4ープタ ントリオール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、1, 2, 5-ベンタントリオール、1, 2-ブタンジオー ル、1、3ープタンジオール、1、4ープタンジオー ル、ジメチルスルホキシド、ダイアセトンアルコール。 グリセリンモノアリルエーテル、プロビレングリコー ル、ブチレングリコール、ボリエチレングリコール30 O、チオジグリコール、N-メチル-2-ビロリドン、 2-ビロリドン、ソープチロラクトン、1,3-ジメチ ルー2ーイミダゾリジノン、スルフォラン、トリメチロ ールフロバン、トリメチロールエタン、ネオベンチルグ リコール、エチレングリコールモノメチルエーテル。エ チレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコ ールモノイソフロビルエーテル、エチレングリコールモ ノアリルエーテル、ジェチレングリコールモノメチルエ ーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ト リエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレ ングリコールモノエチルエーテル、プロビレングリコー ルモノメチルエーテル、ジフロビレングリコールモノメ チルエーテル、ピスβ-ヒドロキシエチルスルフォン。 ビスβーヒドロキシエチルウレア、ウレア、アセトニル アセトン、ベンタエリスリトール、1,4-シクロヘキ サンジオール等が挙げられる。これらの水溶性有機溶剤 は水100重量部当たり約5~50重量部の割合で使用 することが好ましい。

[0039] 6. pH調整削

本祭明のインクの P Hは、使用する水溶性染料の性質は、 り、中性から塩基性に測整することがインクの安定性の 観点から好ましい。そのための P H調整剤としては、具 体的には、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ト リエタノールアミン、N ーメチルエタノールアミン、ト ・エチルジラノールアミン、2 ーアミノー ニッチル

・黒色染料(1)のアンモニウム塩・化合物A-9

プロパノール、2ーエチルー2ーアミノー1、3ープロパンダオール、2ー(2ーアミノエチル)エタノールアミン、トリス(ヒドロキンメチル)アミノメタン、アンモニア、グリシン、グリシルグリシン、モルフォリン、ビスターヒドロキシェチル尿素等の有機協振:水酸化ナトリウム、水酸化リチウム等の塩基が挙げられる。又、月極番削にカマインクの内室を変性を与えることも可能である。これらの塩基の中でも、インクの保存安定性及びインクジェット配縁装置上でのインクの吐出安定性を得るためには、アルコールアミンが特に存ましい。

【0040】7. インクの鋼製

【0041】8、カラーインクジェット記録方法

次に、本料明のカラーインタジェット記録方法について 影明する。本学師のインクは、オンデマン下認念画質か ラーインクジェットプリンタに最適に設計されている。 そのようなカラーインクジェットプリンタの基本的な様 えたマルチノズル記録へッドにおいて、ノズル密度18 0 d p i (dot per inch)以上、凌滴体積10~20 p l (picol-liter)、記録密度300 l p i (line per inch)以上で記録を行う装置である。又、インクが消耗 した時にインクタンクだけを交換し得るタイフの記録装 置にも適している。

[0042]

【実施例】次に、実施例及び比較例を挙げて本発明を要 に具体的に説明する。 尚、実施例及び比較例中の部又は %は特に断りのない限り重量基準である。 実施例 1

3部10部

(ベンジルアルコールのエチレンオキシド2モル付加物)

化合物C-1

4 88

(n+m=16、k=12、分子量約1450、HLB=7.3(計算值) の液状化合物の50%イソプロビルアルコール溶液)

CH₃

・エチレングリコール

トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(pH調整剤) - 2k

1 88

[0043] 上紀処方をよく機律混合し、0、2 umの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH8、3、 表面張力42、0 d v n e / c m、粘度2、2 c p s の 本実施例の黒色インクGEI-1Bを得た。要に、上記 処方で染料を下記のものに代えた以外は間様にして、シ アン (GEI-1C) 、マゼンタ (GEI-1M) 、及 びイエロー (GEI-1Y) の各インクを作製した。 [0044]

インク名称	染料	粘度 (cps)	表面張力 (dyne/cm)
GEI 1C	シアン染料 (2)	2.2	41.0
GEI 1M	マゼンタ染料 (1)	2.3	43.0
GEI – 1Y	イエロー染料 (2)	2.15	40.0
*******************************	***************************************	***********	***************************************

【0045】実施例2

・シアン染料 (2) のアンモニウム塩

2. 8部

10部

化合物A-8 (ジブロヒレングリコールモノブロビルエーテル) 8 28

化合物C-1

Δ部

(n+m=30、k=25、分子量約2850、HLB=7.7(計算值)

・ジェチレングリコール

・硫酸アンモニウム (p H 調整剤)

• 水

13部 1 86

71、2部

[0046] 上記処方をよく撹拌混合し、0、2 μmの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH8.5、 表面張力36、0 d y n e / c m、粘度2. 5 c p s の 本実施例のシアン色インクGEI-2Cを得た。更に、 上紀処方で染料を下記のものに代えた以外は間様にし て、マゼンタ(GEI-2M)、イエロー(GEI-2 Y) 、及び黑色(GEI-2B) の各インクを作製し te.

インク名称	441	粘度 (cps)	表面發力 (dyne/cm)
GEI 2M	マゼンタ染料 (1)	2.3	37.5
GEI 2Y	イエロ…染料 (2)	2.3	37.4
GEI 2B	黑色染料 (2)	2.1	38.0

[0047] 実施例3

・マゼンタ染料	(1)	のアンモニウム	4
---------	-----	---------	---

化合物A-7

2.888 6部

(トリエチレングリコール n ープチルエーテル)

4部

化合物C-2 (n+m=20、p=5、k=20、分子量約2500の化合物の50%メ

タノール溶液と

・ジエチレングリコール

トリエタノールアミン (p H調整剤) • 水

[0048] 上記処方をよく機拌混合し、0.2 µmの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH9.0、 表面張力40.0dyne/cm、粘度2、1cpsの 本実施例のマゼンタ色インクGEI-3Mを得た。更 に、上記処方で染料を下記のものに代えた以外は間様に して、黒色 (GEI-3B)、シアン (GEI-3 C) 、及びイエロー (GEI-3Y) の各インクを作製

した。

1 5 RE 1.88 77 728

インク名称	\$2##	粘度 (cps)	表阅模力 (dyne/cm)	
GEI – 3B	想色染料 (2)	2.2	39.8	
GEI 3C	シアン染料 (1)	2.4	39.5	
GEI - 3Y	イエロー染料	2.2	40,2	

【0049】 実施例4

・イエロー染料(2)のアンモニウム塩 ・化合物A-2(サーフィノール465) 化合物C-2

1. 5部 5部

(n+m=50、p=3、k=30、分子量約4500の化合物の20%メ タノール溶液)

$$HO = \begin{bmatrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \\ \text{CHO} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \text{CH}_3 \\ \text{Si-O} \\ \text{CH}_3 \end{bmatrix}_p \begin{bmatrix} \text{CH}_2 \\ \text{CH}_2 \\ \text{CH}_2 \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{bmatrix}_{\text{H}}$$

・グリセリン ・ジエチレングリコール

トリエタノールアミン(pH調整剤) • 2k

8 28 15部

2、8部

1部 72. 2部

[0050] 上記処方をよく撹拌混合し、0.2 μmの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH9.2、 表面張力35,0 d y n e / c m、粘度2,7 c p s の 本実施例のイエロー色インクGEI-4Yを得た。更 に、上記処方で染料を下記のものに代えた以外は同様に して、黒色 (GEI-4B)、マゼンタ (GEI-4 M) 、及びシアン (GEI-4C) の各インクを作器し te.

インク名称	染料	粘度 (cps)	表面强力 (dyne/cm)
GE1 4B	黒色染料 (4)	2.6	35.2
GEI 4M	マゼンタ染料 (4)	2.7	36.5
GEI 4C	シアン染料 (2)	2.6	38.0

[0051] 実施例5

・黒色染料(2)のアンモニウム塩	2.	8部
化合物A-8	1	0部
(ジフロビレングリコールモノプロビルエーテル)		
化合物B-2		2部
(エチレンオキシドープロピレンオキシドーエチレンオキシド型	(7	ווים עוני
ック型)界面活性剤、HLB=8、分子量約2500)		
化合物C-1		4 28

(n+m=30、k=25、分子嚴約2850、HLB=7,7(計算值) の化合物の50%エチルアルコール溶液)

[0052] 上記処方をよく撹拌混合し、0.2 μmの メンブレンフィルターにて加圧濾過して、pH9、5、 表面張力38.0 d y n e / c m、粘度3.0 c p s の本実施例の黒色インクG E I - 5 B を得た。更に、上記始方で染料を下記のものに代えた以外は同様にして、シアン色(G E I - 5 M)、みびドイエロー(G F I - 5 Y)の名インクを作製した。

インク名称	染料	粘度 (cps)	表面燙力 (dyne/cm)
GEI ~ 5C	シアン染料 (2)	2.9	37.5
GEI ··· 5M	マゼンタ染料 (2)	2.8	38.0
GE1 5Y	イエロー染料 (2)	2.9	39.0

【0053】比較例1

以下の処方の、界面活性剤によって浸透性を高めた比較 個インクSFI-18を調製した。

・黒色染料(1)のアンモニウム塩	3部	
・ノニルフェノールのエチレンオキシド付加物	1部	
(HLB=10、サンノプコ(株)製)		
•	7.5部	
・ジエチレングリコール	12.5部	
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(pH調整剤)	1 88	
· 水	75部	

これらの物質をよく撹拌混合し、0.2μmのメンブレンフィルターにて加圧減過して、pH8.0、表面振力30.0dyne/cm、粘度2.5cpsの比較例1の黒色インクSFI-18を得た。

【0054】<u>比較例2</u>

以下の処方の、シリコーン系消泡剤を添加して抑泡を図った比較例インクSFDFI-28を讃製した。

・黒色染料(1)のアンモニウム塩		3 驗
・ノニルフェノールのエチレンオキシド付加物		1部
(HLB=10、サンノブコ (株) 製)		
• 尿素	7.	5部
・ジェチレングリコール 1	2.	5部
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(pH調整剤)		1部
・シリコーンジオールとエチレンオキシドとの共重合体(消泡剤)		2部
· **	7	3 88

これらの物質をホモジナイザーにて、100 r pm or 1 5分間選押し、0、 $2 \text{ μ m o} \times \text{ o} \text{ J } \text{ ν } \text{ v } \text{ o} \text{ r } \text{ o} \text{ r } \text{ o} \text{ c} \text{ o} \text{ o} \text{ o} \text{ c} \text{ o} \text{ o} \text{ o} \text{ c} \text{ o} \text$

[0055] 比較例3

実施例 10 無色インクG E I ー 1 B において、化合物A ー 9 (ペンジルアルコールのエチレンオキシド1 モル付 加物)を 1 0 部から 4 部に減らし、その代わりにジエチ レングリコールを添加した以外は、実施例 1 と全く同様 にして、比較例 3 の無色インク C S F I ー 3 B を得た。 このインクの粘度は 2、5 5 c p s、表面張力 4 4. 0 d y n e / c m であった。

[0056] [印制試験] 実施例1~5及び比較例1~ 3の各インクに対して、128/ズル、/ズル密度7 0 dpi、主走査及び制定金印字密度7201pi、駆 動局波数8 kHz、平均液流体積10plの特性を有す る試作りプルジェットカラーブリンタ、及び電子写真3 ビー用紙 (単編版) を用いて、以下の試験を行うた。

①吐出特性-液源形成

液滴のノズルからの吐出時の形状(体積)をモニターで きる装置にて、液滴体積の平均値を測定した。 (評価基準)

A:おおよそ10plの主液滴が吐出している。

B: 2個の、10plよりも小さい液滴が吐出してい

C:液滴とならず、液柱の状態のままで吐出している。

D:多数の小液滴に分裂して吐出している。

【0057】のインクタンク交換試験

1個のインクタンクのインクを全て使い切り、同色の新 しいインクタンクを装填して、回復ポンプにてノズル側 から吸引し、ヘッドに新しいインクを充填する操作を行 う。次いで、そのインクを使い切るまでの連続したペタ 的脚を行った。

(評価基準)

A:正常な枚数束で全く問題なく印字し終えた。

B:途中でインク切れが起こったが、回復操作で正常な 状態に戻せた。

C:しばしばインク切れが起こり、頻繁にポンプ吸引操

作を行った。事後観察ではインク室に細かい泡が多く見 られたが、ヒーターの損傷はなかった。

D:インク切れが起こり、印字瀛度が薄れ、その後回復 操作では印字続行できなかった。事後観察では、インク 液室に細かい泡が多く見られ、又、ヒーターの損傷も見 られた。

【0058】 ③印刷適性-乾燥性

テキストと、モノカラーパッチを配したテストパターン を前記した普通紙に記録し、乾燥時間を試験した。

(評価基準)

A:フリンタから排出されてきた時には乾燥している。 B:排出されてから数秒で乾燥。

C:排出されてから数十秒で乾燥。

【0059】 ④印字品質-境界滲み

「③印刷適性-乾燥性」で得られた印字物のカラーバッ チ間の境界部と文字を観察し、滲みの状態を調べた。 (評価基準)

A:目視では色間に境界滲みがない。

B:イエロー色と黒色との間で若干境界滲みが発生して

C:文字の線が太り気味で、且つ境界滲みが目立つ。 但し、比較例のインクの滲み試験の場合、黒色以外のカ ラーインクは、実施例1の各カラーインクを用いた。 【0060】 [評価結果] 上記印刷試験の各項目の評価

結果を表2に示す。

表2:実施例1~5及び比較例1~3の評価結果

	①吐出特性 一被满形成	③インクタンク 交換試験	③印刷適性 一整導性	①印字品質 - 模果勝み
実施例1	A	A	A	A
実施例2	Α	Λ	۸	Λ
実施例3	Α	Λ	A	A
奥施例4	A	٨	A	A
実施例5	A	A	A	Α
比較例1	В	¢	A	В
比較例2	¢	Λ	В	C
比較例3	A	C	В	C

[0061]

[発明の効果] 以上説明したように、本発明によれば、 記録装置内での記録液の泡立ち或いは空気を取り込む等 の職箋が生じにくく、従ってノズルへの安定した供給が 可能で、インクの記録紙への浸透性と滲みのバランスが 調節され、吐出特性が安定で小さい液滴形成においても 安定な液体粒子形成ができ、目詰まりしにくく、高調賞 記録を可能にするため、高精細カラーインクジェット装 置の磁質と信頼性を両立させた新規なインク及び該イン クを用いた記録方法が提供される。

又、本発明のインク の構成を採ることによって、オフィスにおいて安価で良 質の画像を作成することができるようになり、デジタル 印刷技術の広い普及に有用である。

【0062】又、本発明のインクをインクジェット記録 装置に用いることによって、

① スプラッシュと呼ばれる小さい液滴に分裂すること が少なく安定した液満形成ができ、月つ吐出持続性が得 られる.

② 普通紙に記録した場合にも、浸透定着時間が短く、 且つ発色性がよく、異色境界滲み(ブリーディング)が 少なく鮮明な画像が得られる、又、インクタンクのみを 交換できるタイプのインクジェット記録装置を用いる場

③ インクタンク交換時にも、空気の取り込み及びイン ク内からの発泡が少なくインク流路に確率にインクが充 域される、といった効果が得られる。

【手続補正書】

【提出日】平成8年9月27日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書 【補正対象項目名】全文

【補正方法】 変更

【補正内容】

【書類名】 明細書

【発明の名称】 インク及びそれを用いたカラーインク ジェット記録方法

[特許請求の範囲]

【請求項1】 水溶性染料、水、下紀化合物群A、化合 物群Bの中から選ばれた少なくとも1種の化合物、及び 下記化合物群Cから選ばれた少なくとも1種の化合物を 含有し、表面張力30dyne/cm以上及び粘度5セ ンチポイズ以下であるインク。

化合物群A:

A-1:エチレングリコールモノn-ブチルエーテル

A-2:エチレングリコールモノフェニルエーテル

A-3:エチレングリコールモノイソプチルエーテル

A-4:ジエチレングリコールモノn-ブチルエーテル

A - S:ジェチレングリコールモノヘキシルエーテル A - G:ジェチレングリコールモノイソプチルエーテル A - 7:トリェチレングリコールローブチルエーテル A - 8:ジフロビレングリコールモノブロビルエーテル A - 9:ベンジルアルコールのエチレンオキシド付加物 化合物群 B:

8-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付加

HO
$$CH^{2}CHO$$
 $CH^{3}CH^{2}O$ $CH^{3}CHO$ H $C-1$

(式中のkは3~50であり、mは3~25であり、n は3~25であり、n+mは6~50である。)

(式中のk=20~50であり、mは10~25であり、nは10~25であり、n+m=20~50であり、pは2~5である。)

【請求項2】 化合物群Aの化合物が、インク全量中で6~12重量%を占める請求項1に記載のインク組成

【請求項3】 化合物群Bの化合物が、インク全量中で 0、3~3、0重量%を占める請求項1に記載のインク 組成物。

【請求項4】 化合物群Cの化合物が、インク全量中で 0.5~5重量%を占める請求項1に記載のインク組成

【請求項5】 水溶性染料が、インク全量中で0、5~5、0重量%を占める請求項1に記載のインク。

【請求項6】 更に、水溶性有機溶剤を含む請求項1に 記載のインク。

【請求項7】 水溶性染料が、マゼンタ染料である請求 項1に記載のインク。

【請求項8】 水溶性染料が、イエロー染料である請求 項1に記載のインク。

【請求項9】 水溶性染料が、シアン染料である請求項 1に記載のインク。

【請求項10】 水溶性染料が、黒色染料である請求項 1に記載のインク。

【請求項11】 マゼンタ、イエロー、シアン及び集色 の各色インクを用い、これらのインクをそれぞれインク ジェット方法によりインク強とし、これらのインク海を 以てカラー記録を行うカラーインクジェット記録方法に おいて、上記名色のインクが請求項1に記載のインクで あることを特徴とするカラーインクジェット記録方法。

【請求項12】 マゼンタ、イエロー、シアン及び無色の各色インクを用い、これらのインクをそれぞれインクジェット方法により1滴当たりの体積が3~50ピコリ

物型界面活性剤

B-2:エチレンオキシドーフロピレンオキシドーエチレンオキシド型 (ブルロニック型) 界面活性剤 B-3:高級アルコールのエチレンオキシド付加物 化合物群 C:

C-1:下記一般式で表わされる化合物

C-2;下記一般式で表わされる化合物

J₈ L J₈
ットルの範囲に顕節されたインク湾とし、これらのイン ク海を以てカラー記録を行うカラーインクジェット記録 方法において、上記各色のインクが請求項1に記載のインクであることを特徴とするカラーインクジェット記録

【発明の詳細な説明】

[0001]

方法。

【発明の属する技術分野】本発明は、高精細なカラー画像と信頼性を両立させるインク組成物(以下単にインク という)及びそれを搭載して記録するカラーインクジェット記録方法に関する。

[0002]

【従来の技術】近年インクジェットブリンタでは、ラン ニングコストの低下、及び顕素物を減らす意味からイン クタンクをブリントヘッドとは切り論して、インクタン のみを交換できるタイプの記録装置が望まれており、 そのような製品はすでに一部実用化されている。

【0003】しかしながら、インクタンクのみを交換する記録装置にすることによって、次のような問題が発生する場合があることがわかってきた。即ち、インクタンクの交換時には、ノズルやインク流路には当然空気が存在しているが、そこに新しいインクを充填していく際に、タンク中に空気 (泡) が残傷してしまうという不具合が発生することがある。特に圧力バルスを液源形成の原動力としているインクジェット記録方式では、インク内に固定して滞留する泡は、その後の液滴形成に大きな履業を起てすまがある。

【0004】又、カラーインクジェット記録検恵用の高 密度フリントヘッドの開発が進み、デバイスとしては、 高画質記録への準備ができてきた。しかし、高画質記録 用のインクには、今までよりも小さい流滴(3~50년 コリットルの範囲、を高層波数で安定に吐出するという 動力学的な課題と、インクグ目詰まりせず、又、ノズル 表面にインクが滞留することなく、装置上でより高いレベルでコントロールすることが要求されるという信頼性 の課題が生じてきた。

【0005】上記のような綺麗類に対しては、たとえデバイス設計を高調質化に向けた機能設計を行っても、インクの材料の設計を従来からの延長線上でのみ行うのみでは、上記のような綺麗類を到底解決することはできない。これの一緒に類型を参辨されためには、使用するインク側においても、要求される諸特性を測足させるために、様々の機能を担うインク構成材料の組み合わせを列ル行う必要状态との、具体的には、インクの目詰まり防止(蒸発抑制)、インクを低粘度に維持する溶剤、インク中の液料に対して溶解力のある溶剤、抑泡剤等の諸材の選択と問から社が極めて重要である。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、カラーインクジェット記録装置内で、インクの泡立 も或いはインク列に空気が取り込まれる毎の音響が生じ にくく、従ってノズルへインクを安定して供給すること が可能で、更にインクの記録経への浸透性と滲みのバラ スが調節され、吐出特性が変定で、小むい流線形成に おいても安定な液体粒子を形成することができ、目詰ま りしにくく、高鑑賞記録を可能にする新規タインクを提 併するととにある。更に、本学門の別の目的は、高精細 なカラー画像を形成し得るとともに、像報性にも優れた カラーインクジェット記録方法を提供することにある。 100071

【課題を解決するための手段】上記目的は、以下の本発明によって速速される。即ち、本発明は、水溶性染料、水、下記化合物群A、化合物群Bの中から選ばれた少なくとも1種の化合物。及び下記化合物群Cから選ばれた少なくとも1種の化合物を含着し、表面張力30dyn

e/cm以上及び粘度5センチボイズ以下であるイン ク、及び該インクを使用するカラーインクジェット記録 方法である。 化合物群A:

A-1:エチレングリコールモノn-ブチルエーテル (付着張力-34,3)

A-2:エチレングリコールモノフェニルエーテル (付着張力-31,9)

A-3:エチレングリコールモノイソプチルエーテル (付着張力-32.5)

A-4:ジェチレングリコールモノnーブチルエーテル (付着張カー32.3)

A-5:ジェチレングリコールモノヘキシルエーテル (付着張力-31.7)

A-6:ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル (付着張力-32.5)

A-7: トリエチレングリコールnーブチルエーテル

(付着張力-24.5) A-8:ジプロピレングリコールモノブロビルエーテル

(付着張力-24.0) A-9:ベンジルアルコールのエチレンオキシド付加物 (付着張力-20.0)

尚、付着張力の単位は、dyne/cmである。

[0008] 化含物群B:

B-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付加 物型界面活性剤

B-2:エチレンオキシドープロビレンオキシドーエチ レンオキシド型(ブルロニック型)界面活性剤 B-3: 窓級アルコールのエチレンオキシド付加物

[0009] 化含物群C:

C-1:下記一般式で表わされる化合物

(式中のkは3~50であり、mは3~25であり、n は3~25であり、n+mは6~50である。)

は3~25であり、n C-2:下記一般式で表わされる化合物 50である。)

$$IO = \begin{bmatrix} CH_3 \\ -CH_2CHO \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ SI -O \\ CH_2CH_2O \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ -CH_2CH_2O \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} CH_3 \\ -CH_2CHO \end{bmatrix} = H \qquad C = 2$$

(式中のk=20~50であり、mは10~25であり、nは10~25であり、n+m=20~50であり、pは2~5である。)

[0010] 本発明によれば、カラーインクジェット記録装置内で、インクの泡立ち或いはインク内に空気が取り込まれる等の機番が生じにくく、従ってノズルヘインクを安定して供給することが可能で、更にインクの記録紙への浸透性と滲みのパランスが調節され、吐出特性が

安定で、小さい液滴形像においても安定な液体料子を形成することができ、目詰まりしにくく、高面質記線を可能にする新規なインク、及び高精細なカラー画像を形成し得るとともに、信頼性にも優れたカラーインクジェット記録方法を提供することができる。

[0011]

【発明の実施の形態】次に好ましい実施の形態を挙げて 本発明を更に詳細に説明する。本発明のインクは、組成 的には、水溶性染料、水、上配の化合物料料。上配化合物料料の中から選ばれた少なくとも1種の化合物、及び上配の化合物料でから選ばれた少なくとも1種の化合物を含有し、物性的には、表面振力30 d y n e / c m以上及び貼渡5 センチポイズ以下であることを特徴としている。

【0012】以下、本発明の主たる特徴部分から説明する。

1. 化合物群A

化合物群 Aの各化合物は、水との相溶性が高く、誠化合物を 6 重量%以上含有する水溶液はカラー配額に合致した高速浸透性を有し、排発性が低く、粘度が低く、引火点も高く、又、染料溶解性もよい。しかし、これらの化合物を 2 0 重量%以上含有すると、記録媒体として紙を用いる場合には、紙の変勝いの浸透が顕著により好ましくない。本発明において化合物群 Aの必要にして十分な含有衡は、好ましくは6重量%以上12重量%以下の範順である。

【0013】化合物群Aの各化合物は、分子末端のエー テル結合を介したアルキル基を有し、粘度が低くなると 共に一定の疎水性を持ち、溶剤でありながら界面活性能 を持つ物質である。このような性質がインクの高速浸透 に適する所以である。化合物群Aの各化合物の動的溢れ 性試験機による付着張力(動的な接触角と意味は同じ) の比較データを前紀に示した。測定は、化合物群Aを含 む種々のグリコールエーテルを10重量%、及び識別の みの目的で少量添加してある染料 0. 5重量% (残りは 水)の配合物を一定条件で紙と接触させた時の5秒後に おける付着張力を数値で示している。食の大きな値であ る程、短時間における濡れ性が高いことを表わしてい る、本発明者等の測定によれば、この測定条件下で-2 Odyne/cm以下の付着張力を示す物質を用いるこ とによって、本発明のインクにおいて望ましい諸特性が 得られた。

[0014] 2. 化合物群B

①B-1:アセチレングリコールのエチレンオキシド付 https://doi.org/10.1001/j.com

②B-2:エチレンオキシドープロビレンオキシドーエ

チレンオキシド型(ブルロニック型)界面活性剤

これらはノニオン性界面活性剤として知られている。これらの中でHLBが4~8の範囲の疎水性が強い物質が本発明に好適に用いられる。

【0015】 ⑤ B-3: 高級アルコールのエチレンオキシド付加物

これらはノニオン性界面活性刺として知られている。こ れらの中でHLBが4~80 和画の疎水性が強い物質が 本発射に好感に用いられる、以上のB-1、B-2、B -3の各化合物のいずれかを選択して本税明のインク中 で0.3~3、0重量%、好ましくは0.5~1.0重 量%の範囲で使用することによって普通紙に対するイン クの速い選進性を将ることができる。

【0016】3, 化合物群C

化合物群での名化合物は、水との相溶性はさほご高くは ないが、抑溶性及び消泡性をインクに与える作用を有す る。該化合物はとりわけ化合物群Aと併用される場合に 有効である。それは、インク中において化合物群Aの物 質が化合物群Cの物質の溶解性を高め、その抑泡作用を 効果的に発酵するためである。

①C-1の化合物の一般構造は、

【0017】C-1化合物の物質構造の特徴は、分子面 来端がプロヒレングリコールであり、分子の中間がエチ レングリコール構造になっていることにある。そのよう な構造を取ることによって、該化合物は、水性媒体中に おいて一定の疎水性を持ちながら、尚、表面においては 時間の疎水性原子団(プロビレングリコール)が表面張 力を下げて貯油性を与えるものと考えられる。

【0018】分子末端にシリコーン構造を持つシリコーン系消泡剤としては、多数の物質が開発されているが、それらは水系媒体中で乳化分散した状態となり、不均一系となる。このようなシリコーン系消泡剤は、消泡剤としての機能は優れているが、長期の安定性に乏しく、表対を大化しにくく、又、メニスカスの保持力が低く不適である。上記一般式(C・1)物質において好ましい化合物は、HLBが4~10の範囲、分子量は40~500000種間の発沫オリゴマーであり、k=3~50であり、nは3~25であり、n+m=6~50である。。

【0019】 ②C-2の化合物の一般構造は、

である。上記一般式の化合物C - 2は、C - 1に対して 抑泡/ 消泡性を悪めるためにアルキルシリコーンジオー ル単位を含有した物質であり、H L Bが 4 - 10 の範囲、 分子量は 4 0 0 ~ 5 0 0 0 の範囲の液状オリゴマー であり、k - 2 0 ~ 5 0 であり、mは 1 0 ~ 2 5 であ り、nは 1 0 ~ 2 5 であり、mは 1 0 ~ 2 5 であ り、pは 2 ~ 5 であり、mは 1 0 ~ 2 5 であ り、pは 2 ~ 5 である。これらの化合物は、新規な物質 ではなく、プロビレングリコールエーデル系消泡剤として てインク用の添加剤として配合され使用されているもの である。本発明のインクにおいては、C - 1 又はC - 2 のいずれかを、対象となるインク媒体系によって異なる が、一般的はにも、5 ~ 5 0 重量%、好きしくは 0 1 ~ 2 . 0 重量%の範囲で用いる。具体的な添加量は、 対象となるインク媒体系によって異なるが、相溶性の許 容する範囲で添加する。

【0020】これらの化合物所にに属する化合物は、水 発明のインク中において、界面活性能を有し、その抑泡 / 消治作用によって安定した液湯形成とインク充填時の 空気の増き込みを少なくする。特徴的なことは、化合物 野にはインターに完全に溶解しているので、インタそれ 自体の表面張力を著しく低下させることがなく、本発明 のインクの条件の一つである30 d y n e / c m以上の 素面張力を維持することができる。

[0021] 4. 色材(染料)

本発明における色材は水溶性染料である。本発明で用いられる染料は、水系インウジェットインク用の水溶性染料であれば、火温のいずれの染料も使用することができる。以下に本発明のインクにおいて好ましい水溶性染料を例示する。これらの染料は鮮明で、インクの媒体においる溶解性が変定であり、紙に記録した場合の濃調に使った物質群である。具体的には、以下のような染料が挙げられるが、本発明はてわらの染料に限させれるものではない。尚、例示染料中の水溶性基は、それぞれフリーの状態、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、有機アミン塩であり得る。

【0023】マゼンタ染料(2)

$$\bigcirc \stackrel{\operatorname{CH_3}}{\longrightarrow} \stackrel{\operatorname{NHo_2S}}{\longrightarrow} \stackrel{\operatorname{O}}{\longrightarrow} \stackrel{\operatorname{CH_3}}{\longrightarrow}$$

【0024】マゼンタ染料(3)

【0025】マゼンタ染料(4)

【0026】イエロー染料(1)

【0036】黑色染料(4)

【0033】黑色染料(1)

$$\bigcirc \bigcap_{SO_3Li} N=N- \bigcirc \bigcap_{SO_4Li} \bigcap_{SO_4Li} NH_2$$

【0037】黑色染料(5)

上記した染料は、インクジェット記録用インクの適性を 持った化合物であるが、これら以外でも酸性染料及び直 接染料等の水溶性染料の中から適当な染料を選択して使 用し得ることは勿論である。これらの水溶性染料の使用 量は、インク全量中で約0.5~5.0重差%を占める 量である。

【0038】5. インクの液媒体

次にインクの液媒体について説明する。本発明のインク の液媒体は水巣独でもよいが、保湿性の高い水混和性の 水溶性有機溶剤を水に添加することが、より保頼性の高 いインクとするうえで好ましい。異体的には、エチレン グリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリ コール、トリプロビレングリコール、グリセリン、1, 2. 4-ブタントリオール、1. 2. 6-ヘキサントリ オール、1, 2, 5ーペンタントリオール、1, 2ープ タンジオール、1,3ープタンジオール、1,4ープタ ンジオール、ジメチルスルホキシド、ダイアセトンアル コール、グリセリンモノアリルエーテル、プロピレング リコール、ブチレングリコール、ポリエチレングリコー ル300、チオジグリコール、Nーメチルー2ーピロリ ドン、2-ビロリドン、γ-プチロラクトン、1、3-ジメチルー 2ーイミダゾリジノン、スルフォラン、トリ メチロールプロバン、トリメチロールエタン、ネオベン チルグリコール、エチレングリコールモノメチルエーテ ル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレン グリコールモノイソプロビルエーテル、エチレングリコ ールモノアリルエーテル、ジエチレングリコールモノメ チルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテ ル、トリエチレングリコールモノメチルエーデル、トリ エチレングリコールモノエチルエーテル、プロビレング リコールモノメチルエーテル ジプロビレングリコール モノメチルエーテル、ビスβーヒドロキシエチルスルフ ォン、ビスβーヒドロキシエチルウレア、ウレア、アセ トニルアセトン、ペンタエリスリトール、1, 4-シク ロヘキサンジオール等が挙げられる。これらの水溶性有 機溶削は水100重量部当たり約5~50重量部の割合 で使用することが好ましい。

[0039] <u>6. pH調整剤</u>

本発明のインクのpHは、使用する水溶性染料の性質より、中性から塩基性に調整することがインクの安定性の

観点から好ましい。そのためのpH調整剤としては、具 体的には、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ト リエタノールアミン、Nーメチルエタノールアミン、N ーエチルジエタノールアミン、2ーアミノー2ーメチル プロパノール、2-エチルー2-アミノー1、3-ブロ パンジオール、2-(2-アミノエチル)エタノールア ミン、トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタン、アン モニア、グリシン、グリシルグリシン、ヒスチジン、L ーリシン、Lーアルギニン、ビベリジン、モルフォリ ン、ビス 6 ーヒドロキシエチル尿素等の有機塩基:水酔 化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム等の塩 基が挙げられる。又、pH緩衝剤によってインクのpH 安定性を与えることも可能である。これらの塩基の中で も、インクの保存安定性及びインクジェット記録装置上 でのインクの吐出安定性を得るためには、アルコールア ミンが特に好ましい。

【0040】7. インクの調製

次に、本発明のインクの調製について説明する。本発明のインクは、表面張力30 d y n e / c m以上、好すなは、表面張力30 d y n e / c m以上、好すなは35~45 d y n e / c m以上、好下、粉草は5 センチボイズ以下、好手しくは2~4 センチボイズに調製される。この物性を得るためには、化合物群4 から選ばれた物質を 6 重量%以上15 重量%以下、化合物群4 B から選ばれた物質を 6 1 動したでは、一般、インクの材料相成の範囲と物性の範囲とでは、上記物性範囲を像先して配合を決めなければならない。尚、本発明のインクは、カラーインクジェット記録装置に好適に用いられるが、知倫と力に関定されるわけではなく、他のモノカラーインクジェット記録するけではなく、他のモノカラーインクシェット記録方法及びその他の記録方法にも適用されることは言うまでもない。

【0041】8. カラーインクジェット紀録方法

次に、本発明のカラーインタジェット記録方法について 説明する。本発明のインクは、オンデマント型温高置力 ラーインクジェットフリンタに最適に設計されている。 そのようなカラーインクジェットフリンタの基本的な精 成は、ビエジェレクトリック等、或いは特殊条子を備 えたマルチノズル記録へッドにあいて、ノズル密度18 Odpi (dot per joch) 以上、波流体積10~20 p 「joro-lifer」、記録密度3001 pi (lipe per inch) 以上で記録を行う装置である。又、インクが消耗 した時にインクタンクだけを交換し得るタイプの記録装 郷にも適している。

[0042]

・黒色染料(1)のアンモニウム塩

· 化合物 A-9

(ペンジルアルコールのエチレンオキシド2モル付加物)

化合物C-1

(n+m=16、k=12、分子量約1450、HLB=7.3 (計算値) の液状化合物の50%イソプロビルアルコール溶液)

実施例1

【実施例】次に、実施例及び比較例を挙げて本登明を更

に具体的に説明する。尚、実施例及び比較例中の郊又は

3 88

Δ×网

1 88 7 2 88

10部

%は特に断りのない限り重量基準である。

・エチレングリコール

トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(pH調整剤)

[0043] 上紀処方をよく撹拌混合し、0.2 µmの

メンブレンフィルターにて加圧濾過して、pH8.3、 表面張力42.0dyne/cm、粘度2.2cpsの 本実施例の裏色インクGEI-18を得た。要に、上記 処方で染料を下記のものに代えた以外は同様にして、シ アン (GEI-1C)、マゼンタ (GEI-1M)、及

びイエロー (GEI-1Y) の各インクを作製した。

[0044]

実面張力 粘度 インクタ称 数斜 (cps) (dyne/cm) GET - 10 シアン染料 (2) 410 2.2 CRI -- 1M マゼンタ動料(1) 2.3 430 GEL-1Y イエロー総料(2) 216 3610

2. 8部

8部

1 88 71. 2部

【0045】実施例2

・シアン染料 (2) のアンモニウム塩

· 化合物 A - 8 (ジプロビレングリコールモノブロビルエーテル)

· 化合物 C - 1

4部 (n+m=30、k=25、分子量約2850、HLB=7.7 (計算值) の化合物の50%エチルアルコール溶液)

1388

・ジエチレングリコール ・硫酸アンモニウム (p H 測整剤)

• 水

【0046】上記処方をよく撹拌混合し、0,2 umの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH8.5、 表面張力36,0 d v n e / c m、粘度2,5 c p s の 本実施例のシアン色インクGEI-2Cを得た。更に、 上記処方で染料を下記のものに代えた以外は同様にし て、マゼンタ (GEI-2M) 、イエロー (GEI-2 Y) 、及び黒色 (GEI-2B) の各インクを作製し tc.

态等强力 松度 インク名称 染料 (cps) (dyna/cm) GET - 2M マゼンタ動料 (1) 2.3 37.5 イエロー染料 (2) GET -- 2Y 2.3 37.4 GEI 2B 黒色染料 (2) 2.1 38.0

100471 室施倒3

LOG - 1 PERENTS		
・マゼンタ染料(1)のアンモニウム塩	2.	8部
・化合物A-7		6部
(トリエチレングリコール n ープチルエーテル)		
化合物C-2		4 88

(n+m=20、p=5、k=20、分子量約2500の化合物の50%メ タノール溶液)

$$\begin{array}{c|c} \operatorname{CH_2CH_0} & \operatorname{CH_8} & \operatorname{CH_2CH_2O} & \operatorname{CH_2CH_2O} \\ \operatorname{CH_2CH_2O} & \operatorname{CH_2CH_2O} & \operatorname{CH_2CH_2O} \\ \end{array} \\ \begin{array}{c|c} \operatorname{CH_2} & \operatorname{CH_2CH_2O} \\ \end{array} \\ \begin{array}{c|c} \operatorname{CH_2CH_2O} & \operatorname{CH_2CH_2O} \\ \end{array}$$

・ジエチレングリコール

トリエタノールアミン(pH調整剤)

· 1

1部 72.2部

15部

[0048] 上記処方をよく撹拌混合し、0.2 µmの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH9、0、 表面張力40.0 d v n e / c m、粘度2.1 c p s の 本実施例のマゼンタ色インクGEI-3Mを得た。更 に、上記処方で染料を下記のものに代えた以外は関様に して、黒色 (GEI-3B)、シアン (GEI-3 C) . 及びイエロー (GEI-3Y) の各インクを作制 した。

インク名称	インク名称 染料		表阁辍力 (dyne/cm)	
GEI 3B	黑色染料 (2)	2.2	89.8	
GEI 8C	シアン染料 (1)	2.4	89.5	
GEI – 3Y	イエロー染料	2.2	40.2	

【0049】実施例4

- ・イエロー染料 (2) のアンモニウム塩
- 化合物A-2 (サーフィノール465) 化合物C-2

2. 8部 1. 5部 5 88

(n+m=50、p=3、k=30、分子量約4500の化合物の20%メ タノール溶液)

$$HO = \underbrace{CH_3CHO}_{OLCH_3} \underbrace{CH_3}_{OLCH_2} \underbrace{CH_2CH_2O}_{IR} \underbrace{CH_2CHO}_{OR} \underbrace{CH_2CHO}_{OR}$$

- ・グリセリン ・ジェチレングリコール
- トリエタノールアミン(pH調整剤)
- 水

料准 表面蛋力 Marie L (dyne/cm 然色染料(4) 2.6 35.2 マゼンタ染料(4) 2.7 36.5 2.6

36.6

888

1 86

15部

72. 288

[0050] 上記処方をよく撹拌混合し、0、2 μmの メンプレンフィルターにて加圧濾過して、pH9.2、 表面張力35、0 d y n e / c m、粘度2. 7 c p s の 本家施例のイエロー色インクGEI-4 Yを得た。更 に、上紀処方で染料を下紀のものに代えた以外は間様に して、 線色 (GEI-4B)、 マゼンタ (GEI-4 M) 、及びシアン (GEI-4C) の各インクを作製し te.

【0051】実施例5

シアン染料 (2)

インク名称

GEI -- 4B

GEI -- 4M

GE1 - 4C

・黒色染料(2)のアンモニウム塩 · 化合物 A - 8

2.88 10部

(ジプロビレングリコールモノプロビルエーテル)

288

化合物B-2 (エチレンオキシドープロヒレンオキシドーエチレンオキシド型(ブルロニ

ック型) 界面活性剤、HLB=8、分子最約2500) 化合物C-1

4部

(n+m=30、k=25、分子變約2850、HLB=7、7(計算値) の化合物の50%エチルアルコール溶液)

・ジエチレングリコール

・グリセリン

・水酸化リチウム (p H調整剤)

· *

【0052】上記処方をよく抵射混合し、0.2μmの メンブレンフィルターにて加圧濾過して、pH9.5、 表面張力38.0 dyne/cm、粘度3.0cpsの 本実施例の黒色インクGEI-5Bを得た。更に、上記 処方で採料を下記のものに代えた以外は同様にして、シ アン色 (GEI-5C)、マゼンタ (GEI-5M) 及びイエロー (GEI-5Y) の各インクを作製した。

	5部
3	0部
0.	3部
72.	2部

【0053】比較例1

以下の処方の、界面活性剤によって浸透性を高めた比較 例インクSFI-18を講製した。

インク名称	菜料	粘度 (cps)	表面機力 (dyne/cm)
GEI 5C	シアン染料 (2)	2.9	37.5
GEI 5M	マゼンタ染料 (2)	2.8	38.0
GEI - 5Y	イエロー染料 (2)	2.9	39.0

- 巣色魚科 (1) のアンモニウム塩 3節 ・ノニルフェノールのエチレンオキシド付加物 1部 (HLB=10、サンノブコ (株) 製) - 尿素 7. 5節 ・ トメ素 7. 5節 ・ トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタン (p H 関整制) 1部

・水
これらの物質をよく根梓混合し、0.2 μmのメンプレンフィルターにて加圧濾過して、p H 8.0、表面張力30.0 d y n e / c m、粘度2.5 c p s の比較例1の黒色インクSFI-18を得た。

【0054】 <u>比較例2</u>

以下の処方の、シリコーン系消泡剤を添加して抑泡を図った比較例インクSFDFI-2Bを調製した。

75部

・黒色染料(1)のアンモニウム塩		3 88
・ノニルフェノールのエチレンオキシド付加物		1 88
(HLB=10、サンノブコ(株)製)		
 尿業 	7.	5部
・ジェチレングリコール 1	2.	5部
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(p H調整剤)		1部
・シリコーンジオールとエチレンオキシドとの共議合体(消泡剤)		2部
·*	7	3部

これらの物質をホモジナイザーにて、100 rpmで15分間類拌し、0.2 μmのメンプレフィルターにかい正確過して、pH8.0、表面張力26.5 dyne/cm、粘度2.6 cpsの比較例2の黒色インク5FDFI~28を得た。このインクは、清泡割が乳化された状態にあり、やや透明感に欠ける溶液である。 [0055] 比較例3

実施例1の黒色インクGEI-1Bにおいて、化合物A-9(ベンジルアルコールのエチレンオキシド1モル付

加物)を10部から4部に減らし、その代わりにジエチレングリコールを添加した以外は、実施例1と全く同様にして、比較例3の黒色インクCSFI-3Bを得た。このインクの粘度は2.55cps、表面張力44.0 dyne/cmであった。

【0056】 [印刷試験] 実施例 1~5及び比較例 1~3の各インクに対して、128ノズル、ノズル密度 72 dpi、主主盗及び副注章印字密度 720 lpi、駆動周波数 8 k H z、平均液滴体積 10 p l の特性を有す

る試作バブルジェットカラープリンタ、及び電子写真コ ピー用紙(普通紙)を用いて、以下の試験を行った。 ①吐出特性-液滴形成

液滴のノズルからの吐出時の形状(体積)をモニターで きる装置にて、液滴体積の平均値を測定した。

(評価基準)

- A:おおよそ10plの主液滴が吐出している。
- B: 2個の、10plよりも小さい液滴が吐出してい
- C:液滴とならず、液柱の状態のままで吐出している。
- D:多数の小液滴に分裂して吐出している。
- 【0057】のインクタンク交換試験

1個のインクタンクのインクを全て使い切り、同色の新 しいインクタンクを装填して、回復ボンブにてノズル側 から吸引し、ヘッドに新しいインクを充填する操作を行 う。次いで、そのインクを使い切るまでの連続したベタ 印刷を行った。

(経価基準)

A:正常な枚数まで全く問題なく印字し終えた。

- B:途中でインク切れが起こったが、回復操作で正常な 状態に戻せた。
- C:しばしばインク切れが起こり、頻繁にボンブ吸引操作を行った。事後観察ではインク室に細かい泡が多く見られたが、ヒーターの損傷はなかった。
- D:インク切れが起こり、印字濃度が薄れ、その後回復

操作では印字続行できなかった。 事後観察では、インク 液室に細かい泡が多く見られ、又、ヒーターの損傷も見 られた。

【0058】(3)印刷適性一乾燥性

テキストと、モノカラーパッチを配したテストパターン を前記した普通紙に記録し、乾燥時間を試験した。 (評価基準)

- A:ブリンタから排出されてきた時には乾燥している。
- B:排出されてから数秒で乾燥。
- C:排出されてから数十秒で乾燥。
- 【0059】 ④印字品質-境界滲み
- 「③印刷適性一乾燥性」で得られた印字物のカラーパッチ間の境界部と文字を観察し、滲みの状態を調べた。

(評価基準) A:目視では色間に境界滲みがない。

- B:イエロー色と黒色との間で若干境界滲みが発生している。
- C:文字の線が太り気味で、且つ境界渗みが固立つ。 伯し、比較例のインクの滲み試験の場合、黒色以外のカ
- 但し、比較別のイングの多分試験の場合、無色以外のカラーインクは、実施例1の各カラーインクを用いた。
- 【0060】 [評価結果] 上記印刷試験の各項目の評価 結果を表1に示す。
- 表1:実施例1~5及び比較例1~3の評価結果

	①吐於特性 …液滴形成	②インクタンク 交換試験	(3)印刷適性 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	①印字品質 - ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
実施例1	A	A	A	Á
実版例2	A	٨	A	A
実施例3	A	A	A	Α
実総例4	Å	A	Λ	A
実施例5	Α	Α	A	A
比較例1	В	С	A	3
比較例2	C	Λ	В	C
比較例3	A	C	В	C

[0061]

探明の効果」以上説明したように、本発明によれば、 記録装置りでのインクの流立ち或いは空気を取り込む等 の障害が生じにくく、従ってアズルへの安定に供給が 可能で、インクの記録紙への浸透性と滲みのパランスが 週節され、吐出特性が安定で小さい液滴形成においても 安定な球体サデル成ができ、目詰まりににく、高繭質 記載を可能にするため、高精細カラーインクジェット装 置の調度と信頼性を両立させた新規なインク及び該イン クを用いた記載方法が提供する。又、本界明のインク の構成を採ることによって、オフィスにおいて安価で良 質の調像を作成することができるようになり、デジタル 印刷技物の広ルイ製と信をある。

- 【0062】又、本発明のインクをインクジェット記録 装置に用いることによって、
- ① スプラッシュと呼ばれる小さい液滴に分裂すること が少なく安定した液滴形成ができ、且つ吐出持続性が得られる。
- ② 普通紙に記録した場合にも、浸透定着時間が短く、 且つ発色性がよく、異色現界参み(ブリーディング)が 少なく射明な画像が得られる、又、インクタンクのみを 交換できるタイプのインクジェット記録装置を用いる場 合に、
- ③ インクタンク交換時にも、空気の取り込み及びインク内からの発泡が少なくインク流路に確実にインクが充填される、といった効果が得られる。

フロントベージの続き

(72) 発明者 下村 まさ子 東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ ノン株式会社内